



## IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Martin KOENEMANN, et al.

GAU: 1755

SERIAL NO: 10/759,206

FILED: January 20, 2004

FOR: PERYLENE DERIVATIVES AND THEIR APPLICATION AS DISPERSANTS

## REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e):  
Application No. Date Filed

- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
Germany	103 03 916.3	January 31, 2003

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
- ☐ (B) Application Serial No.(s)  
☐ are submitted herewith  
☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.  
Norman F. Oblon

Customer Number

22850

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 05/03)Frederick D. Vastine  
Registration No. 27,013



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 103 03 916.3

**Anmeldetag:** 31. Januar 2003

**Anmelder/Inhaber:** BASF Aktiengesellschaft,  
67056 Ludwigshafen/DE

**Bezeichnung:** Verwendung von Perylenderivaten als Dispergier-  
mittel

**IPC:** C 07 D, C 08 G, C 08 F

**Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-  
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.**

München, den 05. Februar 2004  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
**Der Präsident**  
Im Auftrag

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Faust', written over the words 'Im Auftrag'.

Faust

BASF Aktiengesellschaft

31. Januar 2003  
B01/0825 IB/KO/BrD/ewe

---

**5                                    Verwendung von Perylenderivaten als Dispergiermittel**

---

- 10    Die vorliegende Erfindung betrifft Perylenderivate mit sterisch stabilisierend wirkenden  
bzw. elektrostatisch stabilisierend wirkenden Resten sowie die Verwendung dieser Pery-  
lenderivate als Pigmentdispergatoren. Weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung  
sind Pigmentzubereitungen, welche die erfindungsgemäßen Perylenderivate als Pigment-  
dispergatoren enthalten. Darüber hinaus betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren  
15    zur Herstellung der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen sowie deren Verwendung  
als Farbmittel zum Pigmentieren von hochmolekularen organischen Materialien. Weiterer  
Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Pigmentdispersionen, die mindestens ein er-  
findungsgemäßes Perylenderivat enthalten.
- 20    Um Feststoffe in flüssige Medien einzubringen, sind hohe mechanische Kräfte notwendig.  
Um diese Dispergierkräfte zu reduzieren, werden üblicherweise Dispergatoren verwendet,  
welche die Einarbeitung erleichtern. Dispergatoren werden auch in Pigmentzubereitungen  
verwendet.
- 25    Pigmentzubereitungen sind Kombinationen von Pigmenten und strukturell zu Pigmenten  
analogen Pigmentdispergatoren. Die Pigmentdispergatoren werden den Pigmenten zuge-  
setzt, um die Dispergierung in den Anwendungsmedien zu erleichtern und um die rheolo-  
gischen und coloristischen Eigenschaften der Pigmente zu verbessern. Die Viskosität der  
hochpigmentierten Anwendungsmedien wird erniedrigt und die Flockung der Pigmentteil-  
30    chen vermindert. Dadurch können beispielweise die Transparenz und der Glanz erhöht  
werden.

Eine unzulängliche Dispergierung macht sich bemerkbar durch Viskositätsanstieg in flüssigen Systemen, Glanzverlusten und Farbtonverschiebungen in Lacken und Beschichtungen und ungenügender Farbstärkeentwicklung.

- 5 Es gibt eine Vielzahl von Vorschlägen zur Verbesserung der rheologischen und coloristischen Eigenschaften von Pigmenten durch Zusatz von Pigmentdispergatoren, die jedoch nicht immer zum erhofften Resultat führen.

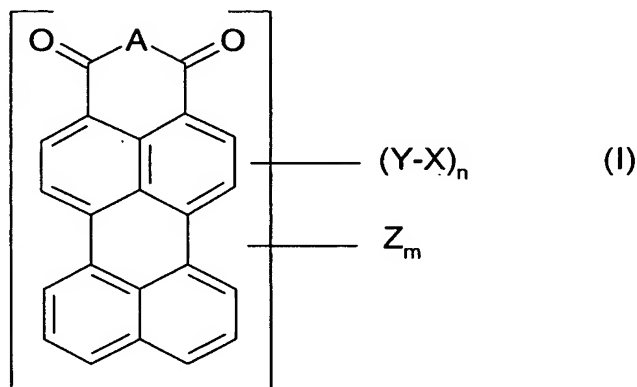
10 Die EP-A 1 029 899 beschreibt Pigmentzubereitungen, die neben einem Diketopyrrolopyrrolpigment einen Perylenpigmentdispergator enthalten, der in Form eines Carbonsäurediimids vorliegt. Diese Pigmentzubereitungen erfüllen nicht die gewünschten rheologischen und coloristischen Anforderungen und sind nicht universell anwendbar.

15 Die DE-A 43 25 247 beschreibt Pigmentzubereitungen, die neben mindestens einem organischen Pigment und gegebenenfalls weiteren Zusatzstoffen ein Perylenderivat als Pigmentdispergator enthalten. Diese Perylenderivate sind mindestens einfach substituiert, wobei der Substituent aus einem anionischen Sulfonsäurerest besteht, der mit einem Kation abgesättigt ist. Als Kation dient entweder ein Proton, ein Metallkation oder ein Ammoniumkation. Bei diesen Perylenderivaten handelt es sich somit um Salze. Die beschriebenen  
20 Pigmentdispergatoren auf der Basis von Perylenverbindungen weisen ebenfalls coloristische und rheologische Mängel auf. Darüber hinaus weisen die Pigmentdispergatoren in wässrigen Medien einen niedrigen pH-Wert auf, was bei einigen Anwendungen der Pigmentzubereitungen von Nachteil ist.

- 25 Es bestand daher die Aufgabe, Pigmentzubereitungen zur Verfügung zu stellen, die die genannten Nachteile des Standes der Technik im Hinblick auf Coloristik, Rheologie und universelle Anwendbarkeit überwinden. Darüber hinaus bestand die Aufgabe, Pigmentzubereitungen zur Verfügung zu stellen, die in wässrigen Medien einen höheren pH-Wert aufweisen als die Pigmentzubereitungen des Standes der Technik.

Es wurde erfindungsgemäß gefunden, dass die Aufgabe durch Pigmentzubereitungen gelöst wird, die neben einem Pigment ein oder mehrere Perylenderivate der allgemeinen Formel (I) enthalten.

- 5 Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind somit Perylenderivate der allgemeinen Formel (I),



10 in der

- A die Bedeutung O, CH<sub>2</sub> oder NR<sup>1</sup> mit R<sup>1</sup> gleich H, Aryl, Aralkyl, Heteroaryl, Cycloalkyl, C<sub>1</sub>-C<sub>22</sub>-Alkyl hat,
- Y, identisch oder verschieden, -CO<sub>2</sub>, -CONR<sup>2</sup>, -SO<sub>3</sub> oder -SO<sub>2</sub>NR<sup>2</sup> entspricht, wobei R<sup>2</sup> entspricht H, Aryl, Aralkyl, Heteroaryl, Cycloalkyl, C<sub>1</sub>-C<sub>22</sub>-Alkyl, bevorzugt C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl, Alkylamin, wobei die Aminfunktion gegebenenfalls einen oder mehrere weitere(n) Substituenten tragen kann und Bestandteil eines Polyamins sein kann,
- X, identisch oder verschieden, einen überwiegend sterisch stabilisierend wirkenden und/oder elektrostatisch stabilisierend wirkenden Substituenten entspricht,
- Z, identisch oder verschieden, gegebenenfalls einen oder mehrere weitere(n) Substituenten darstellt, wobei dieser Substituent/diese Substituenten ausgewählt ist/sind aus der Gruppe bestehend aus Alkyl-, Alkoxy-, Aryloxygruppen und Halogenen, insbesondere Chlor und Brom,
- n eine ganzzahlige Zahl größer gleich 1 ist und
- m eine ganzzahlige Zahl größer gleich 0 ist.

Erfindungsgemäß sind somit Perylenderivate vorgesehen, die durch Auswahl geeigneter Substituenten entweder sterisch und/oder elektrostatisch stabilisierend wirken.

### **Sterisch stabilisierend wirkende Substituenten**

5

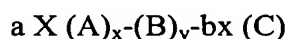
Unter sterisch stabilisierend wirkende Substituenten versteht man erfindungsgemäß Substituenten, durch die der Pigmentdispersator fest an der Pigmentoberfläche haftet, der Pigmentdispersator die Oberfläche des Pigments im Wesentlichen vollständig bedeckt und der solvatisierte Teil in das jeweilige Medium reicht und eine Grenzschicht ausreichender Dicke ausbildet. Für weitere Ausführungen wird auf die Druckschriften "*Science and Technology of Pigment Dispersions - A four day post graduate intensive course presented by Institute of Materials Science*", S. 309 bis 328, und „*Pigment Dispersants for non-aqueous systems*“, Interlaken, Schweiz, 14.-18. Juni 1999 und "*A new graft polymer pigment dispersant synthesis*" von J.S. Simms, Progress in Organic Coatings, 35, 1999, S. 205 bis 214 verwiesen, dessen gesamte Offenbarung durch Bezugnahme in die vorliegende Erfindung eingeschlossen ist. Bei den sterisch stabilisierend wirkenden Substituenten handelt es sich im Wesentlichen um Polymerreste. Diese Polymerreste tragen vorzugsweise mindestens eine bindemittel- oder lösungsmittellaffine Gruppe. Erfindungsgemäß versteht man unter einer bindemittel- bzw. lösungsmittellaffinen Gruppe eine funktionelle Gruppe der Polymere, durch die das Polymer in einem Bindemittel bzw. Lösungsmittel im Wesentlichen löslich wird. Unter einem Bindemittel versteht man erfindungsgemäß polymere Verbindungen, die gleich- oder verschiedenartige Stoffe miteinander verbinden. Je nach Struktur unterscheidet man anorganische oder organische bzw. natürliche oder synthetische Bindemittel. Das Abbinden, also das miteinander Verbinden von Stoffen, erfolgt durch physikalisches Trocknen, durch Erstarren oder starken Viskositätsanstieg, durch chemische Reaktion oder durch Hydratisierung. Zahlreiche erfindungsgemäß geeignete Bindemittel sind aus dem Stand der Technik bekannt. Als Beispiele für erfindungsgemäß geeignete Bindemittel kann man im Allgemeinen nennen Alkydmelaminharzlack und Acrylmelaminharzlack mit Melamin als bindemittellaffine Gruppe.

30

Die entsprechenden Polymere der erfindungsgemäß verwendeten Polymerreste umfassen vorzugsweise mindestens eine Gruppe, die mit einem Carbonsäurechlorid oder mit einem

Weitere sterisch stabilisierend wirkende Substituenten sind vorzugsweise Polymerreste von vernetzten Blockpolymeren. Diese Polymere können gegebenenfalls linear und gegebenenfalls homopolymerer Art sein. Unter Polymere homopolymerer Art versteht man erfindungsgemäß Polymere, die aus Monomeren nur einer Art bestehen. Bei den Blockpolymeren handelt es sich vorzugsweise um Blockcopolymere, die eine abgestufte Affinität (Löslichkeit) zum Bindemittel aufweisen.

In einer besonderen Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden als sterisch stabilisierend wirkende Reste Block(co)polymere der allgemeinen Struktur



verwendet, wobei die Blöcke vorzugsweise aus hyperverzweigten Polymeren und/oder Kammpolymeren aufgebaut sind. Unter Kammpolymeren versteht man erfindungsgemäß Polymere mit einer linearen Hauptkette, die in mehr oder weniger regelmäßigen Abständen längere, meist aliphatische Seitenketten aufweisen. Bei den Block(co)polymeren zentral ist dabei der Polymerblock B, welcher vorzugsweise verzweigt oder linear sein kann und gegebenenfalls funktionelle Gruppen umfasst, die sowohl eine Anknüpfung von mehreren Blöcken des Polymers A sowie mehrerer Perylenderivate C erlauben. Zur Verknüpfung mit den Polymeren A bzw. den Perylenderivaten C können gegebenenfalls zusätzliche bi- oder polyfunktionelle Verknüpfungskomponenten eingebaut werden. Alternativ kann die Verknüpfung auch direkt erfolgen.

Als Polymerblock A kommen je nach Lacksystem und Lösemittel allgemeine Polymere der Struktur



in Frage, wobei U = H, Alkyl oder Initiatorrest, M eine oder mehrere Wiederholungseinheiten eines Polymers und T eine Gruppe darstellt, über die eine Verknüpfung des A-Blockes mit dem B-Block erfolgt. T stellt dabei vorzugsweise ein Sauerstoff- bzw. Schwefelatom, eine  $NR^2$ -,  $COO$ - oder  $CONR^3$ -Gruppe mit  $R^2$  und  $R^3$  als beliebigen Rest dar, Als Wiederholungseinheiten M des Polymers dienen vorzugsweise statistische Copolymerisate, wie beispielsweise radikalische Copolymerisate, die im Allgemeinen mit Reglern zur Einstellung des Molekulargewichts und mit funktionellen Gruppen, wie beispielsweise durch

Sulfonsäurechlorid eines Perylenderivats umgesetzt werden kann. Beispiele für erfindungsgemäß geeignete Gruppen der Polymere sind freie OH-, NH- oder SH-Gruppen. Die sterisch stabilisierend wirkenden Polymere werden bei der Umsetzung kovalent mit dem Perylenderivat verbunden.

5

Erfindungsgemäß geeignete sterisch stabilisierend wirkende Substituenten sind beispielsweise langkettige Alkylreste, die vorzugsweise über funktionelle Gruppen mit den Carbonsäurechloriden und/oder Sulfonsäurechloriden der Perylenderivate verbunden sind. Unter langkettigen Alkylresten versteht man in diesem Zusammenhang im Allgemeinen C<sub>4</sub>-C<sub>64</sub>-  
10 Alkylreste, bevorzugt C<sub>4</sub>-C<sub>32</sub>-Alkylreste, besonders bevorzugt C<sub>4</sub>-C<sub>18</sub>-Alkylreste. In speziellen Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung handelt es sich um C<sub>12</sub>- oder C<sub>18</sub>-Alkylreste. Die Alkylreste können darüber hinaus gegebenenfalls Träger von weiteren, beliebigen Substituenten sein, mit der Maßgabe, dass diese Substituenten die sterisch stabilisierend wirkenden Funktion der Alkylreste nicht stören.

15

In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung sind die sterisch stabilisierend wirkenden Substituenten ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Polymeren auf Basis von Alkylenoxiden, Polymeren auf Basis von Polyestern, Polymeren auf Basis von Polyacrylaten, Polymeren auf Basis von Alkylsulfiden und Polymeren auf Basis von  
20 Alkylverbindungen. Auch diese Polymerreste können gegebenenfalls Träger von weiteren, beliebigen Substituenten sein, mit der Maßgabe, dass diese Substituenten die sterisch stabilisierend wirkenden Funktion der Polymerreste nicht stören.

Ein Beispiel für einen erfindungsgemäß geeigneten sterisch stabilisierend wirkenden Polymerrest kann abgeleitet werden von einem Polymer, das durch ringöffnende Polymerisation von  $\epsilon$ -Caprolacton mit Dodecylsulfonsäure und anschließender Pfropfung mit Polyethylenimin hergestellt werden kann. Anstelle von Polyethylenimin können erfindungsgemäß auch andere Polymere verwendet werden, wie beispielsweise Polyvinylamine oder Copolymere aus Ethylenimin und Vinylamin. Erfindungsgemäß können neben  $\epsilon$ -  
30 Caprolacton auch weitere Polyester und/oder Polyacrylate und/oder Polyurethane und/oder Polyalkylenglycole verwendet werden.



Verwendung von Mercaptoethanol, dargestellt werden, funktionalisierte Blockcopolymere, Polykondensate, Polyadditionsprodukte, wie beispielsweise Polyurethane, und Polyalkylenglykole. Die Wiederholungseinheiten M können dabei gegebenenfalls Träger weiterer Substituenten sein, mit der Maßgabe, dass diese Substituenten die sterisch stabilisierend wirkende Funktion der Blockcopolymere nicht stören.

- Der B-Block ist bevorzugt polyfunktional, so dass eine Anknüpfung von mehreren Blöcken ( $ax$  mit  $a \geq 1$ ) A sowie mehreren Blöcken ( $bx$  mit  $b \geq 1$ ) C möglich ist. Der Grenzfall  $a = 1$ ,  $y = 0$  beinhaltet damit aber auch einen einfachen Aufbau mit A = Polyethylen bzw. Alkyl unter Verknüpfung über OH- oder weiteren Gruppen, die mit einem Carbonsäurechlorid und/oder Sulfonsäurechlorid reagieren können.  $y = 0$  bedeutet dabei, dass eine direkte Verknüpfung der Blöcke A und C vorliegt. Hieraus kann bevorzugt, aber nicht zwingend, eine Kammstruktur bzw. auch Pfropfcopolymere resultieren. Der B-Block kann linear oder verzweigt sein und beispielsweise aus Polyethylenimin, Homo- und Copolymeren von Polyvinylamin, Poly(meth)(alkyl)acrylaten, Polyvinylverbindungen und Copolymeren davon, Polyolefinen, Polyethylenglykolen, Polyestern, Polytetrahydrofuranen, Polyethern, Polyurethanen mit entsprechender Funktionalität durch Einbau von Hydroxyethyl(meth)acrylat, Polyvinylalkohol etc. aufgebaut sein.
- Bei C handelt es sich um ein Perylenderivat, welches bevorzugt kovalent an den B-Block gebunden ist. Die erfindungsgemäßen Verbindungen enthalten vorzugsweise mehr als eine Gruppe C pro B-Block ( $b > 1$ ). Erfindungsgemäße Perylenderivate sind z. B. Sulfonsäureester, Carbonsäureester, Sulfonsäureamide und Carbonsäureamide.
- Im einfachsten Fall kann A und B vorzugsweise auch nur ein einziges Polymer oder Copolymer beinhalten, so dass die Blockstruktur zu einer Endgruppenfunktionalisierung schrumpft, oder aber an das statistische Copolymer zumindest mehrere Pigmentderivate geknüpft werden.

### Elektrostatisch stabilisierende Substituenten

Bezüglich der elektrostatisch stabilisierend wirkenden Substituenten und der Funktionsweise dieser Stabilisierung wird auf die Druckschrift "*Science and technology of Pigment Dispersions - A four day post graduate intensive course presented by Institute of Material Science*", S. 171 - 208, "Colloid Stability in the DVLD Regime", Interlaken, Schweiz, 14. bis 18. Juni 1999, verwiesen, dessen gesamte Offenbarung durch Bezugnahme in die vorliegende Erfindung eingeschlossen ist.

Unter den elektrostatisch stabilisierend wirkenden Substituenten versteht man erfindungsgemäß kationische Reste, die kovalent an das Perylenderivat gebunden sind und die Amin- und/oder Ammoniumgruppen umfassen. Um elektrostatisch stabilisierend wirken zu können, müssen die Aminogruppen protoniert sein. Weitere elektrostatisch stabilisierend wirkende Substituenten sind anionische Reste, z. B. Sulfonsäuren, die deprotoniert werden.

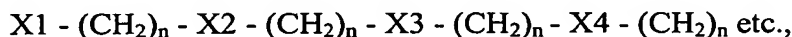
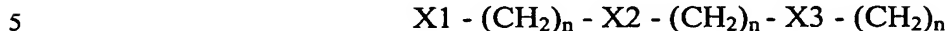
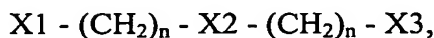
Bezüglich der Reste, die Amin- und/oder Ammoniumgruppen tragen, wird auf die EP-A 0 864 613, DE-A 199 02 907 und EP-A-1 029 899 verwiesen, deren gesamte Offenbarung durch Bezugnahme in die vorliegende Erfindung eingeschlossen ist. Alle drei Patentanmeldungen beschreiben Perylenpigmentdispergatoren, die mit Resten substituiert sind, die Amin- und/oder Ammoniumgruppen tragen. Erfindungsgemäß eignen sich die gleichen Reste.

Weitere elektrostatisch stabilisierend wirkende Substituenten sind Substituenten der allgemeinen Formel (II)



mit  $\text{X} = \text{NR}^6$ , O, S und  $\text{R}^4$ ,  $\text{R}^5$ ,  $\text{R}^6$ , identisch oder verschieden, gleich Alkyl, Aryl, Heteroaryl, H und  $\text{Y} = -(\text{CH}_2)_n-$  mit  $n \geq 2$ , zweifach substituierte Aromaten, zweifach substituierte Heteroaromaten. Bevorzugte basische Heteroaromaten sind Imidazolyl, Piperidinyl, Morpholinyl, Pipecolinyl, Pyrrolidinyl, Pyrazolyl und Piperazinyl.

Weitere bevorzugte elektrostatisch stabilisierend wirkenden Substituenten sind Oligoamine der allgemeinen Struktur:



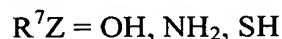
wobei X für eine Amineinheit  $NR^*$  mit  $R^* = H, \text{ Alkyl}$  steht und  $n = 2$  bis 12, bevorzugt 2 bis 5, beträgt.

Weitere erfindungsgemäß bevorzugte elektrostatisch stabilisierend wirkende Reste sind Oligo-/Polyalkylenglykole der allgemeinen Formel:

15



mit



$R^8$  = einen linearen oder verzweigten  $C_1$ - $C_6$ -Alkylrest, beispielsweise Ethylenglycol oder Polyenglycol,

$R^9$  = einen linearen oder verzweigten  $C_1$ - $C_6$ -Alkylrest.

Die erfindungsgemäßen elektrostatisch stabilisierenden Reste sind an ihren Aminfunktionen vorzugsweise mit  $C_1$ - bis  $C_{18}$ - Alkylgruppen zu Ammoniumfunktionen quarterniert bzw. deprotoniert, wenn es sich um einen anionischen Rest handelt.

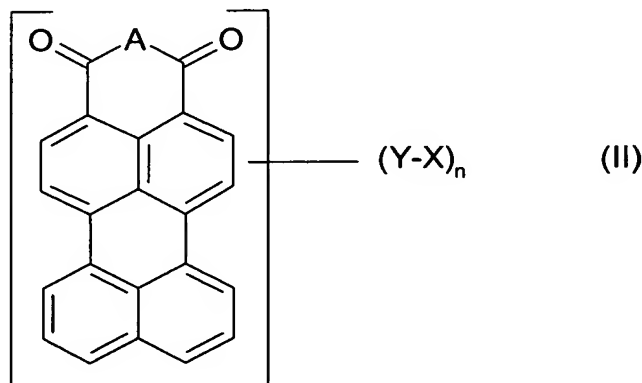
Weitere erfindungsgemäß geeignete elektrostatisch stabilisierend wirkenden Substituenten werden abgeleitet von:

- 30 a) Diaminen, insbesondere N,N-Dimethyl-p-phenylendiamin, Dimethylaminomethylamin, Diethylaminoethylamin, 2-Ethylhexylaminoethylamin, Stearylaminomethylamin, Oleylaminomethylamin, Dimethylaminopropylamin, Diethylaminopropylamin, Dibutylaminopropylamin, Diethylaminobutylamin, Dimethylaminoamylamin, Diethylaminohexylamin, 1-Diethylamino-4-aminopentan, Pieridinomethylamin, Piperidinoethylamin, Piperidinopropylamin, Pipecolinoethylamin, Pipecolinopropylamin, Imidazolopropylamin, Morpholinoethylamin, Piperazinoethylamin, 3-Cyclo-
- 35

hexylaminopropylamin, 3,3'-Oxybis(ethylenoxy)bispropylamin, Ethylendiamin, 1,2-Propandiamin, 1,3-Propandiamin, 2,2-Dimethyl-1,3-propandiamin, Isophorondiamin, Diethylentriamin, Triethylentetramin, Tetraethylenpentamin, Pentaethylenhexamin, Dipropylentriamin, N,N-Bis-(3-aminopropyl)methylamin, Tripropylentetramin, 3-(2-Aminoethyl)aminopropylamin, N,N'-Bis(3-aminopropyl)ethylendiamin, Bis-(3-dimethylaminopropyl)amin, 4,7-Dioxadecan-1,10-diamin, 4,9-Dioxadodeca-1,12-diamin, 5-Amino-1,3,3-trimethylcyclohexan-methanamin, 1,4-Bis-(3-aminopropoxy)-butan.

b) Monoaminen, insbesondere Ammoniak, Methylamin, Ethylamin, n-Propylamin, Isopropylamin, n-Butylamin, sec.-Butylamin, Isopentylamin, n-Hexylamin, Dimethylamin, Diethylamin, Dibutylamin, N-Ethylbutylamin,  $\beta$ -Hydroxyethylamin,  $\beta$ - oder  $\gamma$ -Hydroxypropylamin, N-Methylethanolamin, Diethanolamin, 3-(2-Hydroxy-ethylamino)-1-propanol, Ethanolamin, Diethanolamin, N-(2-Hydroxy-ethyl)anilin, Hydroxylamin, Hydrazin, 3-Ethoxypropylamin, Di-(2-Methoxy-ethyl)amin, Cyclohexylamin, N-Ethylcyclohexylamin, Dicyclohexylamin, Benzylamin, 2-Phenyl-ethylamin, 4-Methoxyphenylethylamin, 1-Phenyl-3-phenyl-propylamin, 2-(3,4-Dimethoxyphenyl)ethylamin, Anilin, o-Toluidin, p-Toluidin, N-Ethylanilin, 2-(2-Aminoethoxy)ethanol, 2-(2-(3-Aminopropoxy)ethoxy)ethanol.

In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung sind in der allgemeinen Formel (I)  $n = 1$  und  $m = 0$  und die Perylenderivate entsprechen somit der allgemeinen Formel (II),



A entspricht  $\text{NH}_3$ ,

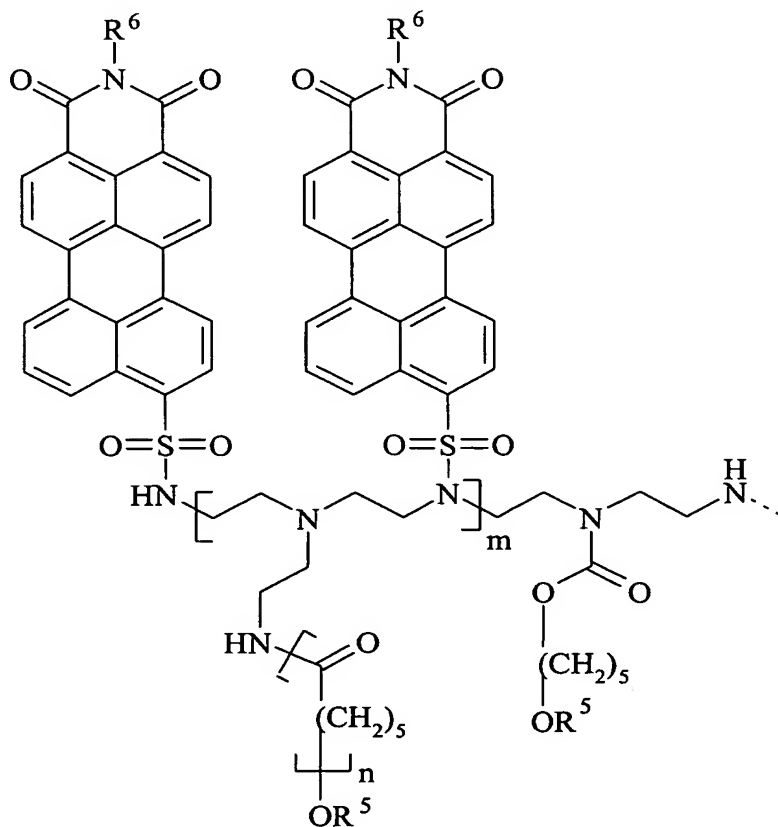
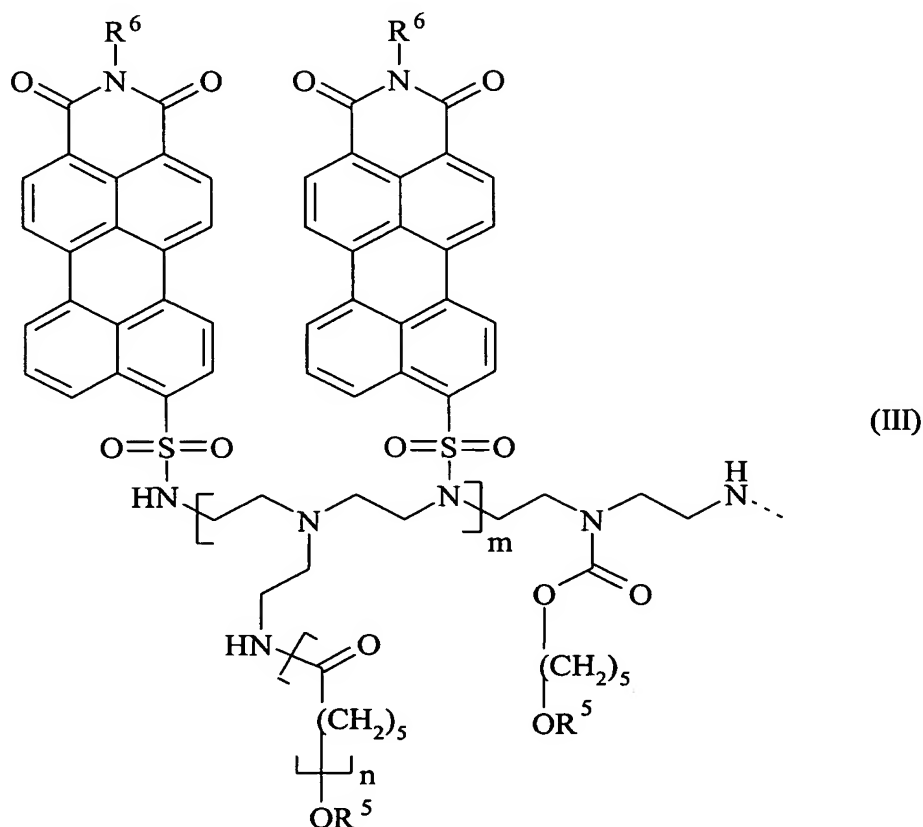
Y entspricht  $-\text{CONH}_2$ ,  $-\text{SO}_3$  oder  $-\text{SO}_2\text{NH}_2$ .

X darstellt ein Substituent, der eine protonierbare Aminogruppe umfasst, bevorzugt ein C<sub>1</sub>- bis C<sub>22</sub>-Alkylamin, wobei das Stickstoffatom der Aminfunktion durch weitere Alkylgruppen substituiert sein kann und Bestandteil eines Polyamins sein kann, oder Bestandteil eines Cyclus ist,

oder

X darstellt C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>-Alkyl oder C<sub>3</sub>-C<sub>30</sub>-Alkenyl, wobei die Kohlenstoffkette jeweils durch eine oder mehrere Gruppierungen -O-, -CO-O-, O-CO- oder -S- unterbrochen sein kann und die jeweils durch C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkoxy-, Amino-, Hydroxy-, Carboxygruppen und Halogene substituiert sein können, wobei R<sup>4</sup> entspricht H, Alkyl, Cycloalkyl, Aryl, Heteroaryl oder Aralkyl.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung weisen die erfindungsgemäßen Perylenderivate die allgemeine Formel (III) auf,



in der

m einer ganzzahligen Zahl von 1 bis 100 entspricht,

n einer ganzzahlige Zahl von 1 bis 20 entspricht,

$R^5$  C<sub>1-64</sub>-Alkyl-SO<sub>2</sub> entspricht, und

$R^6$  H oder C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl, bevorzugt H oder CH<sub>3</sub>, besonders bevorzugt H, entspricht.

Weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Perylenderivate. Die Carbonsäure und das Carbonsäurechlorid der erfindungsgemäßen Perylenderivate werden durch an sich bekannte Verfahren hergestellt. Die Carbonsäure wird gemäß CAS75:140549j (1971) hergestellt. Ausgehend von dieser Carbonsäure kann das Carbonsäurechlorid gemäß der allgemeinen Versuchsvorschrift im *Organikum, Deutscher Verlag der Wissenschaft, Berlin 1990, 18. Auflage, Seite 423 ff.* hergestellt werden.

Die Sulfonsäurechloride der erfindungsgemäßen Perylenderivate werden durch Sulfochlorierung mit Sulfurychlorid (bevorzugt 1 bis 15 mol.-eq., besonders bevorzugt 8 bis 12 mol.-eq., jeweils bezogen auf das Perylenderivat) und Thionylchlorid (bevorzugt 1 bis 2 mol.-eq., besonders bevorzugt 0,8 bis 1,2 mol.-eq., jeweils bezogen auf das Perylenderivat) hergestellt. Dabei auftretende, überschüssige Chlorsulfonsäure wird durch Abfiltrieren und schnelles Waschen mit Eiswasser entfernt. Mit Aceton können ebenfalls Verunreinigungen von Salzsäure aus den festen Sulfonsäurechloriden ausgewaschen werden.

Die Sulfonsäurechloride und Carbonsäurechloride der Perylenderivate hydrolysieren unter atmosphärischen Bedingungen an der Luft leicht und werden daher schnell weiter verarbeitet oder aber unter Feuchtigkeitsausschluss aufbewahrt.

Die Carbon- bzw. Sulfonsäurechloride der Perylenderivate werden anschließend mit den zuvor genannten sterisch oder elektrostatisch stabilisierend wirkenden Substituenten zu den entsprechenden Säureamiden bzw. -estern umgesetzt. Als Lösemittel für die Umsetzung eignen sich insbesondere polare Lösemittel, wie DMF, NMP, Dimethylacetamid oder

THF. Vorzugsweise erfolgt die Umsetzung in Gegenwart einer salzsäureabfangenden Base, was aber nicht zwingend erforderlich ist. So kann die bei dieser Reaktion gebildete Salzsäure durch ein nicht-nucleophiles Amin wie z. B. Triethylamin oder Pyridin abgefangen werden. Dabei beträgt die Menge an nicht-nucleophilem Amin vorzugsweise 0 bis 10 mol.-eq. besonders bevorzugt 0,5 bis 1,5 mol.-eq, jeweils bezogen auf das Perylenderivat. Darüber hinaus können gegebenenfalls auch kurze nicht-nucleophile Amine gleichermaßen wie weniger reaktive langkettige OH-terminierte Polymere zur Reaktion gebracht werden.

Bei der Herstellung der entsprechenden Säureester bzw. Säureamide kann jeweils als Nebenprodukt die freie Säure durch Hydrolyse der Säurechloride entstehen. Dieses unerwünschte Nebenprodukt wird bei neutralem bis alkalischem pH-Wert wasserlöslich. Daher werden die beschriebenen Verbindungen durch Waschen mit Wasser von diesen Nebenprodukten, sowie von den gegebenenfalls entstehenden Aminhydrochloriden befreit. Eine rote Farbe im ablaufenden Wasser weist auf die freien Säuren hin: Ist das Waschwasser nicht mehr farbig, so ist keine freie Säure mehr vorhanden.

Weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind die durch das vorstehende Verfahren beschriebenen Perylenderivate.

Weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung von Verbindungen, die aus einem Grundkörper und mindestens einem mit diesem Grundkörper kovalent verbundenen Substituenten bestehen,

wobei der Grundkörper ein polycyclischer, im Wesentlichen aromatischer Kohlenwasserstoff ist und insbesondere ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Naphthalinderivaten, Phenalenderivate, Perylenderivaten, Pyrenderivaten, Fluoranthenderivaten, Fluorenderivaten, Heptalenderivaten, Indenderivaten, Phenanthrenderivaten, Anthracenylderivaten und Acenaphthenderivaten, und

wobei der oder die Substituent(en) auf ein Pigment sterisch und/oder elektrostatisch stabilisierend wirken kann/können;

als Pigmentdispergatoren.

Somit betrifft die vorliegende Erfindung auch die Verwendung der zuvor beschriebenen erfindungsgemäßen Perylenderivate als Pigmentdispergatoren.

Unter Dispergatoren versteht man Substanzen, die das Dispergieren von Teilchen in einem fluiden Dispersionsmittel erleichtern. Dabei erniedrigen die Dispergatoren die Grenzflächenspannung zwischen den beiden Komponenten und führen somit eine Benetzung herbei. Eine Vielzahl von synonymen Bezeichnungen sind für Dispergatoren in Gebrauch, z. B. Additive, Netzmittel, Detergentien, Suspendierhilfen, Emulgatoren, Dispergiermittel, usw.. Außerdem werden die bei der Pigmentdispergierung geschaffenen freien Oberflächen stabilisiert.

Die erfindungsgemäßen Perylenderivate eignen sich als Pigmentdispergatoren für eine Vielzahl an unterschiedlichen Pigmenten. Bezüglich der Pigmente wird auf die bereits erwähnte DE-A 199 02 907 verwiesen, dessen gesamte Offenbarung in die vorliegende Erfindung durch Bezugnahme eingeschlossen ist.

Die erfindungsgemäßen Perylenderivate eignen sich insbesondere für folgende Pigmente:

	Chinacridonpigmente	P.R.122; P.R.202, P.V.19
20	Chinophthalonpigmente	P.Y. 138
	Isoindolinpigmente	P.O.69, P.O.61, P.Y.139, P.Y.185
	Perylenpigmente	P.R.123, P.R.149, P.R.178, P.R.179, P.R.224, P.V. 29
	Phthalocyaninpigmente	P.B.15, P.B.15:1, P.B. 5:2, P.B.15:3, P.B.15:4, P.B.15:6, P.B.16, P.G.7, P.G.36
25	Indanthronpigmente	P.B.60 und P.B.64
	Dioxazinpigmente	P.V.23
	Triarylcarboniumpigmente	P.V.27
	Disazopigmente	P.O.34, P.R.144, P.R.166, P.Y.12, P.Y.13, P.Y.17, P.Y.83, P.Y.113, P.Y.126,
30	Monoazopigmente	P.O.5, P.O.36, P.O.67, P.R.1, P.R.2, P.R.3, P.R.48:4, P.R.49, P.R.52:2, P.R.53, P.R.57:1, P.R.251, P.R.112, P.R.170, P.R.184, P.R.190



	Thioindigopigmente	P.R.88
	Metallkomplexpigmente	P.Y.117, P.Y.153, P.Y.177
	Perinonpigmente	P.O.43, P.R.194
	Flavanthronpigmente	P.Y.24
5	Anthrachininonpigmente	P.Y.147, P.V.31

Weitere Beispiele finden sich bei W. Herbst, K. Hunger, *Industrial Organic Pigments*, VCH Weinheim, 1993, dessen gesamte Offenbarung durch Bezugnahme eingeschlossen ist.

10 Weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Pigmentzubereitungen, enthaltend

(a) mindestens ein organisches Pigment und

(b) mindestens eine Verbindung, die aus einem Grundkörper und mindestens einem mit diesem Grundkörper kovalent verbundenen Substituenten besteht,

wobei der Grundkörper ein polycyclischer, im Wesentlichen aromatischer Kohlenwasserstoff ist und insbesondere ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Naphthalinderivaten, Phenalenderivate, Perylenderivaten, Pyrenderivaten, Fluoranthenderivaten, Fluorenderivaten, Heptalenderivaten, Indenderivaten, Phenanthrenderivaten, Anthracenylderivaten und Acenaphthenderivaten, und

wobei der oder die Substituent(en) auf ein Pigment sterisch und/oder elektrostatisch stabilisierend wirken kann/können;

als Pigmentdispergator.

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen enthalten im Allgemeinen mindestens ein zuvor beschriebenes erfindungsgemäßes Perylenderivat.

In den erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen sind im Falle der sterisch stabilisierend wirkenden Reste im Allgemeinen 2 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 30 Gew.-%, besonders bevorzugt 2 bis 20 Gew.-%, Pigmentdispergator, bezogen auf das Pigment, vorhanden. In den erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen sind im Fall der elektrostatisch stabilisierend wirkenden Reste vorzugsweise 0,5 bis 5 Gew.-%, bevorzugt 0,5 bis 4 Gew.-%, be-

sonders bevorzugt 0,5 bis 3 Gew.-%, Pigmentdispergator, bezogen auf das Pigment, enthalten.

Bezüglich der Auswahl an Pigmenten für die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen wird auf obige Ausführungen bezüglich der Verwendung der erfindungsgemäßen Perylen-derivate verwiesen.

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen enthalten bevorzugt ein rotes organisches Perylenpigment, besonders P.R. 179.

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen enthalten die Pigmente vorzugsweise fein verteilt. Dabei ist die mittlere Primärteilchengröße im Allgemeinen kleiner 300 nm, bevorzugt kleiner 200 nm, besonders bevorzugt kleiner 100 nm. Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen eignen sich insbesondere für die Herstellung von transparenten Farben.

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen können neben dem Pigment und dem Pigmentdispergator noch weitere übliche Zusatzstoffe enthalten, wie beispielsweise Füllstoffe, Stellmittel, oberflächenaktive Mittel, Harze, Entschäumer, Anti-Staubmittel, Extender, Dispergieradditive, Farbmittel zum Nuancieren, Konservierungsmittel, Trocknungsverzögerungsmittel sowie gegebenenfalls mit polaren Ankergruppen versehene Polymere und Blockcopolymere. Diese Zusatzstoffe können beispielsweise zur Verbesserung der Pigmentbenetzung oder -dispergierung oder als Weichmacher oder Filmbildner dienen.

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen enthalten Pigmente im Allgemeinen in einer Menge von 0,5 bis 40 Gew.-%, bevorzugt 0,5 bis 30 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,5 bis 5 Gew.-%, jeweils bezogen auf die erfindungsgemäße Pigmentzubereitung.

Sind Zusatzstoffe in den erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen vorhanden, so beträgt ihr Gehalt einschließlich von Lösemittel im Allgemeinen 60 bis 99,5 Gew.-%, bevorzugt 70 bis 99,5 Gew.-%, besonders bevorzugt 95 bis 99,5 Gew.-%, jeweils bezogen auf die erfindungsgemäße Pigmentzubereitung.

Als oberflächenaktive Mittel kommen übliche anionische, kationische oder nicht-ionische Tenside oder Mischungen dieser Mittel in Betracht. Beispiele für anionaktive Substanzen sind Fettsäuretauride, Fettsäure-N-methyltauride, Fettsäureethionate, Alkylbenzolsulfonate, Alkyl-naphthalinsulfonate, Alkylphenolpolyglykolethersulfate und Fettalkoholpolyglykolethersulfate, Fettsäuren z. B. Palmitin-, Sterin- und Ölsäure, Seifen, z. B. Alkalisalze von Fettsäuren, Naphthensäuren und Harzsäuren, z. B. Abietinsäure, alkalilösliche Harze, z. B. kolophoniummodifizierte Maleinatharze und Kondensationsprodukte auf Basis von Cyanurchlorid, Taurin, N,N-Dialkyl-aminoalkylamin, wie beispielsweise N,N-Diethylaminopropylamin und p-Phenylendiamin; bevorzugt sind Harzseifen, d. h. Alkalisalze von Harzsäuren. Als kationaktive Substanzen kommen beispielsweise quaternäre Ammoniumsalze, Fettaminooxethylate, Fettaminpolyglykolether und Fettamine in Betracht. Als nicht-ionogene Substanzen kommen beispielsweise Aminoxide, Fettalkoholpolyglykolether, Fettsäurepolyglykolester und Alkylphenolpolyglykolether in Betracht.

Polymere als erfindungsgemäße Zusatzstoffe sind z. B. Polyolefine, Polyester, Polyether, Polyamide, Polyurethane, Polyvinylether, Polyacrylate und Copolymere davon. Beispiele für geeignete Ankergruppen sind Amin- und Ammoniumgruppen, Carbonsäure- und Carboxylatgruppen, Sulfonsäure- und Sulfonatgruppen und Phosphorsäure- und Phosphonatgruppen.

Bevorzugte Polymere sind solche mit stickstoffhaltigen Ankergruppen, vor allem Amin- und Polyalkyleniminingruppen sowie Blockcopolymere mit Polyalkylenimininen wie beispielsweise Polyethylenimininen. Derartige Zusatzstoffe sind dem Fachmann bekannt. Sie sind größtenteils im Handel erhältlich (z. B. Solspere<sup>®</sup> von Avecia, Disperbyk<sup>®</sup> von Byk) und vielfach beschrieben, z. B. in Journal of Coating Technology 58 (1986), 71, in Journal of Oil and Colour Chemical Association 1998, 293 und 1991, 204, in DE-A 21 62 484, DE-A 22 64 176, DE-A 28 07 362, DE-A 28 30 860 und in EP-A 0 189 385, deren gesamte Offenbarung durch Bezugnahme eingeschlossen ist.

Bei den erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen handelt es sich in der Regel um feste Systeme von rieselfähiger, pulverförmiger Beschaffenheit oder um Granulate.

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen können Mischungen von einem oder mehreren, vorzugsweise einem oder zwei Pigmenten mit einem oder mehreren, vorzugsweise einem oder zwei der erfindungsgemäßen Pigmentdispergatoren sein. Darüber hinaus können die Pigmentzubereitungen zusätzlich auch nicht-erfindungsgemäße Pigmentdispergatoren enthalten.

Gegenstand der Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung, wobei man mindestens eine Verbindung als Pigmentdispergator,

- 10 - die aus einem Grundkörper und mindestens einem mit diesem Grundkörper kovalent verbundenen Substituenten besteht,
- wobei der Grundkörper ein polycyclischer, im Wesentlichen aromatischer Kohlenwasserstoff ist und insbesondere ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus  
15 Naphthalinderivaten, Phenalenderivate, Perylenderivaten, Pyrenderivaten, Fluoranthenderivaten, Fluorenderivaten, Heptalenderivaten, Indenderivaten, Phenanthrenderivaten, Anthracenylderivaten und Acenaphthenderivaten, und
- wobei der oder die Substituent(en) auf ein Pigment sterisch und/oder elektrostatisch  
20 stabilisierend wirken kann/können

sowie das organische Pigment mischt oder an einem beliebigen Zeitpunkt ihres Herstellungsprozesses aufeinander einwirken lässt.

- 25 In diesem erfindungsgemäßen Verfahren werden im Allgemeinen die oben erwähnten erfindungsgemäßen Perylenderivate verwendet.

Im Allgemeinen werden im erfindungsgemäßen Verfahren der Pigmentdispergator und das organische Pigment als trockene Pulver miteinander vermischt.

30

Der Herstellungsprozess eines Pigmentes umfasst dessen Synthese, gegebenenfalls Feinverteilung, z. B. durch Malung oder Umfällen, gegebenenfalls Finish, sowie die Isolierung als Presskuchen oder als trockenes Granulat oder Pulver. Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen können die Pigmentdispergatoren beispielsweise vor oder  
35 während der Pigmentsynthese, unmittelbar vor oder während einer Feinverteilung oder

eines anschließenden Finish zugeben werden. Dabei können Temperaturen von z. B. 0 bis 200 °C auftreten. Selbstverständlich können die Pigmentdispergatoren auch in Teilportionen zu unterschiedlichen Zeiten zugegeben werden.

5 Die Zugabe der Pigmentdispergatoren im Rahmen einer Feinverteilung kann beispielsweise vor oder während einer Trockenmahlung eines Rohpigments mit oder ohne zusätzlichem Mahlhilfsmittel auf einer Roll- oder Schrinkmühle, oder vor oder während einer Nassmahlung eines Rohpigments in wässrigem, wässrig-organischem oder organischem Mahlmedium, beispielsweise auf einer Perlmühle, erfolgen. Die genauen Mahlmedien sind  
10 dem Fachmann bekannt. Darüber hinaus sind diese Mahlmedien in DE-A 198 36 714 offenbart, dessen diesbezügliche Offenbarung durch Bezugnahme in die vorliegende Erfindung eingeschlossen ist. Weiterhin ist es möglich, die erfindungsgemäßen Dispergatoren vor oder während einer Knetung oder Nassbelegung dem Pigment zugegebenen werden.

15 Gleichfalls bewährt hat sich die Zugabe der Pigmentdispergatoren vor oder nach einem Finish des Pigments in wässrigen, wässrig-alkalischen, wässrig-organischen oder organischen Medium. Die Pigmentdispergatoren können auch dem wasserfeuchten Pigmentpresskuchen vor der Trocknung zugesetzt und eingearbeitet werden, wobei die Pigmentdispergatoren selbst ebenfalls als Presskuchen vorliegen können.

20 Weitere Möglichkeiten zur Herstellung der Pigmentdispergatoren sind Knetung und anschließende Trocknung; Nassmahlung und anschließende Trocknung; Nassmahlung, Filtration und anschließende Trocknung; Verrühren, Filtration und anschließende Trocknung.

25 In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden Trockenmischungen von Pulvern oder Granulaten der Pigmentdispergatoren mit dem Pulver oder Granulat eines oder mehrerer Pigmente vorgenommen.

Erfindungsgemäß werden zwischen 1 und 30 Teile der Dispergatoren mit 100 Gewichtsteilen der Rohpigments modifiziert.  
30

Die nach der vorliegenden Erfindung erhältlichen Pigmentzubereitungen zeichnen sich durch ihre hervorragenden coloristischen und rheologischen Eigenschaften, hohe Flockungsstabilität, hohe Transparenz, leichte Dispergierbarkeit, gutes Glanzverhalten, hohe Farbstärke, einwandfreie Überlackier- und Lösemittlechtheiten sowie sehr gute Wetterechtheit aus. Sie sind für den Einsatz sowohl in lösemittelhaltigen als auch in wässrigen Systemen geeignet, d.h. sie können sowohl für lösemittelhaltige als auch für wässrige Systeme optimiert werden.

Die erfindungsgemäß hergestellten Pigmentzubereitungen lassen sich als Farbmittel zum Pigmentieren von hochmolekularen organischen Materialien natürlicher oder synthetischer Herkunft in Form plastischer Massen, Schmelzen, Spinnlösungen, Lacken, Anstrichfarben, Tonern oder Druckfarben verwenden.

Beispiele für hochmolekulare, organische Materialien, für die sich die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen insbesondere eignen, sind Celluloseether und -ester, wie Ethylcellulose, Nitrocellulose, Celluloseacetat oder Cellulosebutyrat, natürliche Harze oder Kunstharze, wie Polymerisationsharze oder Kondensationsharze, z. B. Aminoplaste, insbesondere Harnstoff- und Melaminformaldehydharze, Acrylharze, Alkydharze, Phenoplaste, Polycarbonate, Polyolefine, Polystyrole, Polyvinylchloride, Polyalkylene, Polyacrylnitrile, Polyacrylsäureester, Polyamide, Polyurethane oder Polyester und Copolymere davon, Gummi, Kasein, Silikon und Silikonharze, jeweils einzeln oder in Mischungen.

Die hochmolekularen, organischen Verbindungen können dabei sowohl als plastische Masse, Schmelze oder in Form von Spinnlösungen, Lacken, Anstrichstoffen oder Druckfarben vorliegen. Je nach Verwendungszweck erweist es sich als vorteilhaft, die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen als Blend oder in Form von Präparation oder Dispersionen zu benutzen. Bezogen auf das zu pigmentierende, hochmolekulare organische Material setzt man die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen in einer Menge von im Allgemeinen 0,05 bis 50 Gew. %, bevorzugt 0,1 bis 30 Gew.-%, besonders bevorzugt 1 bis 10 Gew.-%, ein.

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen eignen sich im Allgemeinen für die Herstellung von Pigmentdispersionen, bevorzugt Lacke, besonders bevorzugt High-Solid-Acrylharzeinbrennlacken, und lösemittel- oder wasserbasierenden Lackpasten.

- 5 Weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Pigmentdispersionen, die mindestens ein erfindungsgemäßes Perylenderivat oder mindestens eine erfindungsgemäße Pigmentzubereitung enthalten.

10 Die vorliegende Erfindung zeigt eine Reihe von Vorteilen gegenüber dem Stand der Technik:

Die erfindungsgemäßen Perylenderivate lassen sich leicht und kostengünstig herstellen und die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen zeichnen sich durch gute Anwendungseigenschaften aus. So bewirken sie eine hohe Dispergierbarkeit und Flockungsstabilität im  
15 Anwendungsmedium und darüber hinaus einen hervorragenden Glanz und eine hervorragende Coloristik. Die rheologischen Eigenschaften des Pigments können durch Verwendung der erfindungsgemäßen Pigmentdispergatoren verbessert werden.

Weitere Ausgestaltungen, Abwandlungen und Variationen sowie Vorteile der vorliegenden  
20 Erfindung sind für den Fachmann beim Lesen der Beschreibung ohne weiteres erkennbar und realisierbar, ohne dass er dabei den Rahmen der vorliegenden Erfindung verlässt.

Die vorliegende Erfindung wird anhand der vorliegenden Ausführungsbeispiele veranschaulicht, welche die Erfindung jedoch keinesfalls beschränken.

## Ausführungsbeispiele

### **Herstellung von Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-sulfonsäurechlorid**

- 5 16.1 g (0.05 mol) Perylendicarboximid werden bei Raumtemperatur langsam in 67 g Chlorsulfonsäure eingerührt, auf 55 °C erwärmt und drei Stunden bei dieser Temperatur gerührt. Anschließend werden 11.0 g Thionylchlorid bei dieser Temperatur langsam zuge-  
tropft und weitere 15 Minuten gerührt. Das Reaktionsgemisch wird auf Raumtemperatur  
abgekühlt, über einer Glasfritte D4 abgesaugt, mit wenig Eiswasser schnell gewaschen und  
10 anschließend wird mit Aceton das Wasser verdrängt. Der aceton-feuchte Presskuchen wird  
entweder sofort weiter umgesetzt oder im Vakuum getrocknet und unter einer Schutzgas-  
atmosphäre aufbewahrt.  
Ausbeute 14.8 - 17.6 g, 71-84 %

### **15 Herstellung von Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-carbonsäurechlorid**

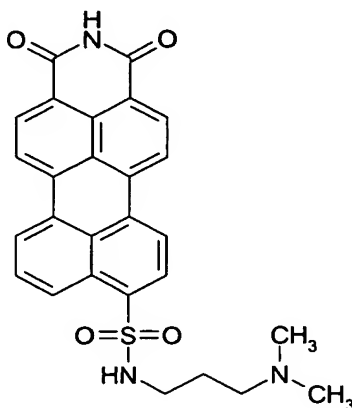
- Die Herstellung von Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-carbonsäure erfolgt gemäß  
CAS75:140549j (1971). Die Umsetzung der so zugänglichen Carbonsäure zum Carbonsäu-  
rechlorid erfolgt, indem 18.2 g (0.05 mol ) der Carbonsäure in 100 ml  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  suspendiert  
20 und mit 8.85g (0,075mol) Thionylchlorid bei Raumtemperatur versetzt werden. Es wird 5  
Stunden refluxiert, bevor Reste des Thionylchlorids und des Methylenchlorids abdestilliert  
werden. Der rote Feststoff wird ohne weitere Charakterisierung weiterverarbeitet.



## Überwiegend elektrostatisch stabilisierende Reste

Beispiel 1:

Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-(N,N,-dimethylaminopropyl)-sulfonamid (Dispergator 1)



- 15 In 200 ml Dichlormethan werden 10.2 g (0.10 mol) N,N-Dimethylaminopropylamin und 50.8 g (1.0 mol) Triethylamin bei 0 °C gerührt. Der oben beschriebenen Aceton-feuchte Presskuchen von Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-sulfonsäurechlorid wird langsam eingetragen. Dabei steigt die Temperatur auf 10 °C. Das Reaktionsgemisch wird über Nacht gerührt bevor das Lösungsmittel, sowie das Triethylamin am Rotationsverdampfer ver-
- 20 dampft werden. 10.0 g des Rückstands werden drei Stunden in 100 ml Wasser ausgerührt, abfiltriert und der Presskuchen im Trockenschrank getrocknet. Man erhält 0.59 g (39%) eines roten Feststoffes.

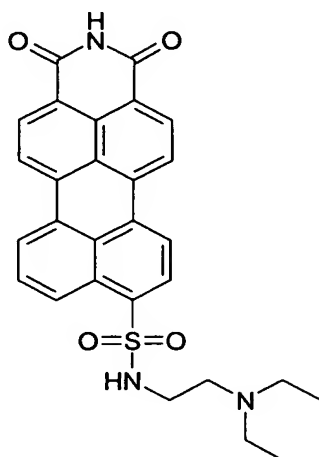
R<sub>f</sub> (Dioxan : Triethylamin : Wasser = 20 : 4 : 1) = 0.7

Smp. 246 - 248°C

- 25 <sup>1</sup>H-NMR(d<sub>6</sub>-DMSO): δ = 11.80-11.55 (bs, 1H, OCNHCO), 8.60 (pd, 1H, Ar-H), 8.55 (pd, 2H, Ar-H), 8.49-8.46 (m, 2H, Ar-H), 8.20 (pd, 2H, Ar-H), 7.82 (pt, 1H, Ar-H), 2.98 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.21 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.05 (s, 6H, CH<sub>3</sub>), 1.50 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>) ppm. SO<sub>2</sub>NH nicht beobachtet.

## Beispiel 2:

Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-(N,N,-diethylaminoethyl)-sulfonamid (Dispergator 2)



Der oben beschriebene Aceton feuchte Presskuchen von Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-sulfonsäurechlorid wird zu einer Mischung aus 200 ml Dichlormethan und 11.6 g (0.1 mol) N,N-Diethylaminoethylamin und 50.8 g (1.0 mol) Triethylamin bei 0 °C langsam zugegeben. Das Reaktionsgemisch wird über Nacht gerührt bevor das Lösungsmittel, sowie das Triethylamin am Rotationsverdampfer verdampft werden. Der Rückstand wird drei Stunden in 180 ml Wasser ausgerührt, abfiltriert und der Presskuchen im Trockenschrank getrocknet. Man erhält 15.2 g (61%) eines roten Feststoffes.

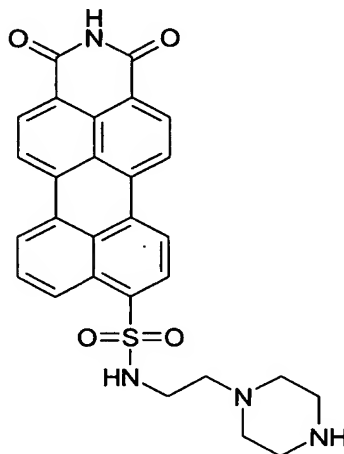
R<sub>f</sub> (Dioxan : Triethylamin : Wasser = 20 : 4 : 1) = 0.8

Smp. 238-240°C

<sup>1</sup>H-NMR(d<sub>6</sub>-DMSO): δ = 11.90-11.65 (bs, 1H, OCNHCO), 8.62 (pd, 1H, Ar-H), 8.50 (pd, 2H, Ar-H), 8.48-8.46 (m, 2H, Ar-H), 8.25 (pd, 2H, Ar-H), 7.95 (pt, 1H, Ar-H), 3.24 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.65 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.45 (q, 4H, CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>), 2.25 (bs, 1H, SO<sub>2</sub>NH), 1.10 (t, 6H, CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>) ppm.

## Beispiel 3:

Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-(N-aminoethylpiperazyl)-sulfonamid (Dispergator 3)



Der oben beschriebene Aceton feuchte Presskuchen von Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-sulfonsäurechlorid wird zu einer Mischung aus 200 ml Dichlormethan und 11.6 g (0.1 mol) N,N-Diethylaminopiperazin und 50.8 g (1.0 mol) Triethylamin bei 0 °C langsam zugegeben. Das Reaktionsgemisch wird über Nacht gerührt, bevor das Lösungsmittel sowie das Triethylamin am Rotationsverdampfer verdampft werden. Der Rückstand wird über Nacht in 230 ml Wasser ausgerührt, abfiltriert und der Presskuchen im Trockenschrank getrocknet. Man erhält 10.4 g (21%) eines roten Feststoffes.

R<sub>f</sub> (Dioxan : Triethylamin : Wasser = 20 : 4 : 1) = 0.55

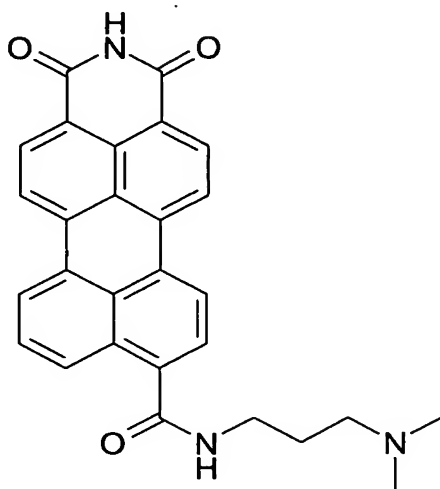
Smp. 220°C

<sup>1</sup>H-NMR(d<sub>6</sub>-DMSO): δ = 11.50-11.30 (bs, 1H, OCNHCO), 8.70 (pd, 1H, Ar-H), 8.48 (pd, 2H, Ar-H), 8.40-8.8.35 (m, 2H, Ar-H), 8.25 (pd, 2H, Ar-H), 7.95 (pt, 1H, Ar-H), 3.30 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.68-2.62 (m, 6H, CH<sub>2</sub>), 2.48-2.40 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm; SO<sub>2</sub>NH nicht beobachtet.

## Beispiel 4:

Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-(N,N,-dimethylaminopropyl)-carboxamid (Dispergator 4)

5



In 200 ml Dichlormethan werden 5.1 g (0.05 mol) N,N-Dimethylaminopropylamin und 25.4 g (0.5 mol) Triethylamin bei 0 °C gerührt. Der oben beschriebene rote Feststoff (0.05 mol) von Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-carbonsäurechlorid wird langsam eingetragen. Das Reaktionsgemisch wird über Nacht gerührt, bevor das Lösungsmittel sowie das Triethylamin am Rotationsverdampfer verdampft werden. Der Rückstand wird drei Stunden in 100 ml Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Lösung ausgerührt, abfiltriert, mehrmals mit Wasser gewaschen und der Presskuchen im Trockenschrank getrocknet. Man erhält 10.78 g (48%) eines roten Feststoffes.

R<sub>f</sub> (Dioxan : Triethylamin : Wasser = 20 : 2 : 1) = 0.4

<sup>1</sup>H-NMR(d<sub>6</sub>-DMSO): δ = 11.85-11.60 (bs, 1H, OCNHCO), 8.50 (pd, 1H, Ar-H), 8.45 (pd, 2H, Ar-H), 8.40-8.32 (m, 2H, Ar-H), 8.15 (pd, 2H, Ar-H), 8.0 (s, 1H, CONH), 7.88 (pt, 1H, Ar-H), 3.10 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.30 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.15 (s, 6H, CH<sub>3</sub>), 1.55 (dd, 2H, CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>) ppm.

**Beispiel 5:****Anwendungstechnischer Test mit den Dispergatoren 1 bis 4 (Beispiele 1 bis 4)**

Es werden je 7.50 g eines transparenten handelsüblichen Pigments P.R. 179 und 225 mg  
 5 der Perylenderivate, hergestellt in den Beispielen 1 bis 3, trocken gemischt. Als Vergleichsprobe dient das handelsübliche transparente P.R. 179. Die Dispergierung erfolgt in einer 100ml-Glasflasche unter Verwendung von 27 ml Glaskugeln mit einem Kugeldurchmesser von 3 mm. Nach Zugabe von 23.3 g eines High Solid-Lacks (Acrylharz mit Xylol und Butylacetat als Lösemittel) wird 2 Stunden mit einem konventionellen Skandexaggregat geschüttelt. Nach 24-stündigem Stehen weist die Vergleichsprobe eine visuelle  
 10 Fließfähigkeit von 1 auf (gestockte Paste, kann nicht aus dem Glasgefäß entnommen werden), während die Proben, welche die erfindungsgemäßen Pigmentdispergatoren aus den Beispielen 1 bis 3 enthalten dünnflüssig aus dem Glasgefäß entnommen werden können. Die mit den erfindungsgemäßen Pigmentdispergatoren aus den Beispielen 1 bis 3 hergestellten Lackdispersionen sind in der Weißaufhellung farbstärker, gelber, transparenter und  
 15 haben eine niedrigere Fließgrenze.

<b>Probe</b>	<b>FAE</b>	<b>dH</b>	<b>dC</b>	<b>dL</b>	<b>ddE</b>	<b>vis. Fließgrenze</b>
<b>Paste Vergl.</b>	100	0.0	0.0	0.0	0.0	1
<b>Paste Disp.1</b>	90	0.8	2.0	-2.0	-3.0	3-4
<b>Paste Disp.2</b>	85	1.0	2.2	-2.5	-3.5	4
<b>Paste Disp.3</b>	88	0.6	1.8	-1.8	-4.4	4
<b>Paste Disp.4</b>	95	0.3	0.8	-0.7	-2.3	3

## Überwiegend sterisch stabilisierende Reste

Beispiel 6:

a) Herstellung eines Methacrylatcopolymers aus MMA und BMA

5

In einer 1l-Rührapparatur, bestehend aus Vierhalskolben, Rührer, Kühler, Thermometer und 2 Dosierpumpen für die Zuläufe, werden 175,0 g Tetrahydrofuran vorgelegt und auf Siedetemperatur gebracht (Badtemperatur 80 °C). Anschließend werden zeitgleich über die Dosierpumpen die beiden Zuläufe, bestehend aus Zulauf 1a (159,0 g) Methylmethacrylat und 159,0 g Butylmethacrylat und Zulauf 1b (6,60 g) 2-Mercaptoethanol, 0,80 g  $\alpha,\alpha'$ -Azoisobutyronitril und 30,0 g Tetrahydrofuran, gestartet und die Lösungen werden kontinuierlich innerhalb 120 Minuten zudosiert. Die Reaktion wird bei 80 °C Außentemperatur gehalten, bis der Monomergehalt auf unter 3 % gesunken ist (gaschromatographische Bestimmung).

10

15

b) Umsetzung mit Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-carbonsäurechlorid (Dispergator 5)

Das wie oben beschrieben hergestellte Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-carbonsäurechlorid (0.05 mol) wird in 100 ml THF in Gegenwart von 5.05 g (0.05 mol) Triethylamin suspendiert und zu der Hälfte der auf 0 °C gekühlten Polymerlösung gegeben. Nach beendeter Zugabe wird die Suspension 24 Stunden refluxiert. Das THF wird im Vakuum entfernt und der Rückstand in 500 ml Butylacetat und 75 ml Wasser aufgenommen. Die organische Phase wird mehrmals mit Wasser gewaschen bis sie farblos erscheint. Die organische Phase wird über  $MgSO_4$  getrocknet und das Lösungsmittel im Vakuum entfernt. Man erhält 175 g eines roten Feststoffes.

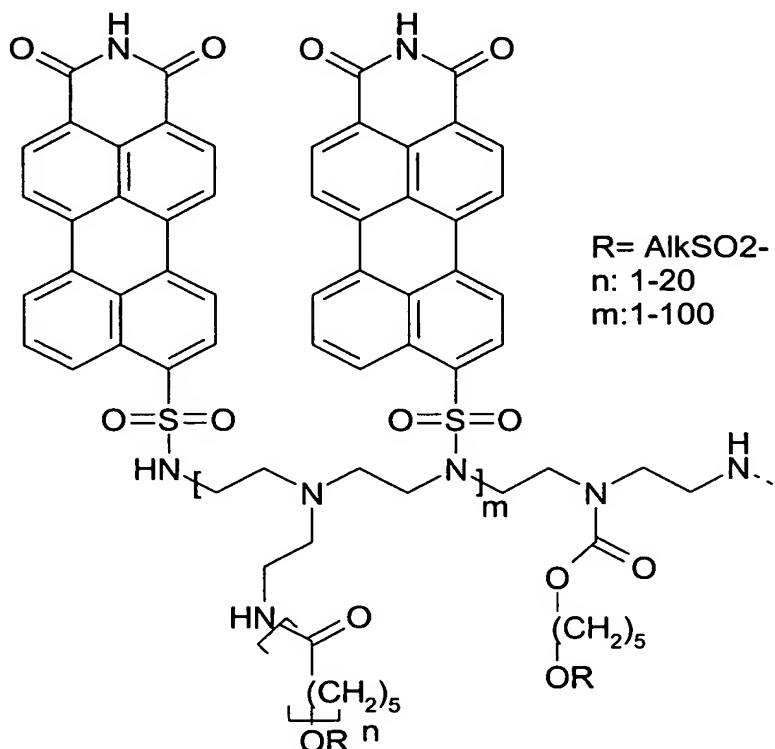
20

25

$R_f$  (Dioxan : Wasser:  $NEt_3$  = 20:1:4) = 0.9

## Beispiel 7:

Umsetzungsprodukt von Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-sulfonsäurechlorid mit Polyester gefropften Polyethylenimin (Dispergator 6)



5

14.7 g (8.6 mval) eines mit Polyester gefropften Polyethylenimins (Aminzahl 33,5 mg KOH/g) und 19.2 g Triethylamin werden in 150 ml DMF gelöst und auf 70 °C erwärmt bevor 2.6 g (6.2 mmol) des getrockneten Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-sulfonsäurechlorid zugegeben werden. Das Reaktionsgemisch wird bei 70 °C vier Stunden gerührt, bevor das DMF im Vakuum (200 mbar) entfernt wird. Der Rückstand wird fein pulverisiert, mit Wasser aufgerührt und über einer D4 Glasfritte abfiltriert und solange gewaschen (ca. 2 l), bis das Waschwasser farblos abläuft. Man erhält 14.7 g eines roten Feststoffes (89%).

15

Die Abwesenheit eines breiten Signals im  $^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3)$  zwischen 5.4 und 4.9 ppm zeigt die Abwesenheit aminischer NH-Gruppen, welche zum Sulfonamid reagiert haben. Ein Dünnschichtchromatographie (DC) (Kieselgel Dioxan : Wasser : Triethylamin =

20:1:4) zeigt Spuren der freien Sulfonsäure ( $R_f = 0.54$ ), im wesentlichen aber eine neue Verbindung ( $R_f = 0.98$ ).

Beispiel 8:

#### 5 Anwendungstechnischer Test mit den Dispergatoren 5 und 6 (Beispiel 6 und 7)

Es werden 7.50 g eines transparenten handelsüblichen Pigmente P.R. 179 und jeweils 1.2 g Dispergator 5 oder Dispergator 6 trocken vermischt. Als Vergleichsprobe dient eine Mischung von 7.50 g des handelsüblichen transparenten Pigments, zu dem vor der Zugabe des Lacks 1.2 g Xylol gegeben werden (Vergleich). Die Dispergierung erfolgt in einer 100ml-Glasflasche unter Verwendung von 27 ml Glaskugeln mit einem Kugeldurchmesser von 3 mm. Nach Zugabe von 23.3 g eines High Solid-Lacks (Acrylharz mit Xylol und Butylacetat als Lösemittel) wird 2 Stunden mit einem konventionellen Skandexaggregat geschüttelt. Nach 24-stündigem Stehen weist die Vergleichsprobe eine visuelle Fließfähigkeit von 1 auf (gestockte Paste, kann nicht aus dem Glasgefäß entnommen werden), während die Proben, welche den Dispergator 5 und Dispergator 6 enthalten dick- bzw. dünnflüssig aus dem Glasgefäß entnommen werden können. Die Vergleichsprobe ist in der Weißaufhellung farbschwächer, blauer und weniger chromatisch als die mit Dispergator 5 und 6 hergestellten Lackpasten.

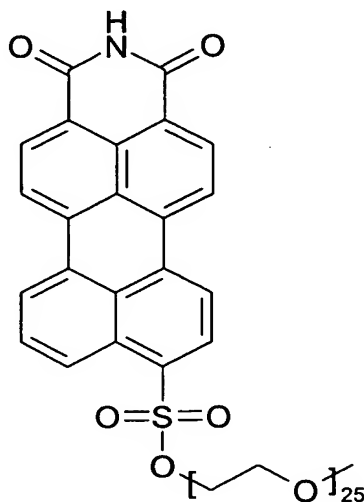
20

Probe	FAE	dH	dC	dL	ddE	vis. Fließgrenze
<b>Paste Vergl.</b>	100	0.0	0.0	0.0	0.0	1
<b>Paste Disp5</b>	92	0.6	2.2	-2.0	-3.0	3
<b>Paste Disp6</b>	80	1.1	3.9	-4.0	-6.0	4



## Beispiel 9:

Umsetzungsprodukt von Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-sulfonsäurechlorid mit methyl-  
verkaptem Polyethylenglykol MeO-(CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-O)<sub>23</sub>-OH (Dispergator 7)



5

4.19 g (0.01 mol) von Perylen-3,4-dicarbonsäureimid-9-sulfonsäurechlorid werden zu ei-  
ner Lösung von 10.0 g (0.01 mol) MeO-(CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-O)<sub>23</sub>-OH (Pluriol A1000E) und 10.1 g  
(0.1 mol) Triethylamin gegeben. Das Reaktionsgemisch wird auf 70 °C erwärmt und vier  
Stunden bei dieser Temperatur gerührt. Anschließend wird das DMF im Vakuum ver-  
dampft. Man erhält 18.2 g eines klebrigen Rückstands, welcher ohne weitere Reinigung  
weiterverarbeitet wird. Eine DC (Kieselgel Dioxan : Wasser : Triethylamin = 20 : 1 : 4)  
zeigt Spuren der freien Sulfonsäure (R<sub>f</sub> = 0.54), im wesentlichen aber eine neue Verbin-  
dung (R<sub>f</sub> = 0.1).

## 15 Beispiel 10:

Anwendungstechnischer Test der Verbindung aus Beispiel 7

10.0 g (39% Festkörpergehalt) eines Presskuchens eines handelsüblichen transparenten  
Pigments P.R. 179 werden mit 1.0 g des ungereinigten Pigmentdispergators aus Beispiel 6  
(Dispergator 7) in einem 100ml-Glasgefäß 4 Stunden in einem Skandex-Schüttelaggregat  
mit SAZ-Kugeln (1 mm) Durchmesser nassgemahlen. Nach Abtrennen der SAZ-Kugeln  
wird das Pigment abfiltriert. Nach dreitägiger Filtration erhält man einen feuchten Pressku-

chen, welcher nach Trocknung im Trockenschrank 4.60 g eines Feststoffes ergibt. Nach vorsichtigem Verreiben der Pigmentstücke werden diese mit dem getrockneten und gemahlenen Presskuchen in einem kommerziellen PUR-Wasserbasislack (Polyester, Polyurethan, Wasser, Butylglycol) verglichen.

5

Dazu werden 3.5 g der Vergleichsprobe (Presskuchen getrocknet gemahlen) und 3.5 g der Oberflächen modifizierten oben genannten Pigmentprobe mit 32 ml SAZ-Kugeln in einer 100 ml Glasflasche mit 18.5 g eines wässrigen Dispergierlacks (PUR) 18 Minuten auf einem Skandex-Schüttelaggregat dispergiert. Es werden 2.0 g der Paste mit 2.0 einer Auf-

10 lackkomponente (PUR-Basis) vermischt und eine Weißaufhellung angefertigt. Der Rest der Pasten wird insgesamt drei Stunden dispergiert und jeweils 2.0g der Pasten mit 2.0 g der Auflackkomponente (PUR-Basis) vermischt und eine Weißaufhellung angefertigt.

Die Oberflächen modifizierte Pigmentprobe weist eine niedrigere Dispergierhärte, eine

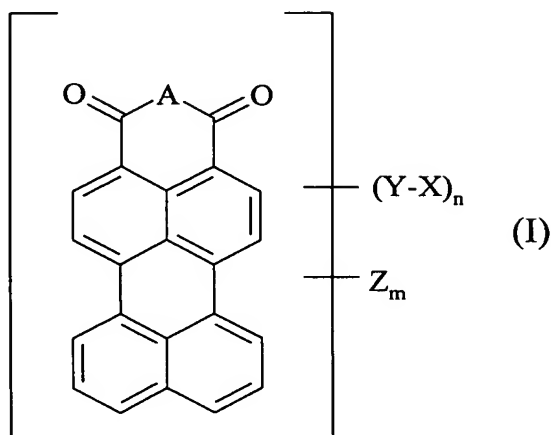
15 höhere Endfarbstärke, höheres Chroma einen gelberen Farbton und eine höhere Lasur auf.

Probe	FAE (18min)	FAE (3h)	dH (3h)	dC (3h)	dL (3h)	ddE (3h)
Paste 8/Vergl.	130	100	0.0	0.0	0.0	0.0
Paste	92	80	1.3	2.0	-2.0	-2.0

BASF Aktiengesellschaft

31. Januar 2003  
B01/0825 IB/KO/BrD/ewe**Patentansprüche**

5

**1. Perylenderivate der allgemeinen Formel (I)**

10

in der

A die Bedeutung O, CH<sub>2</sub> oder NR<sup>1</sup> mit R<sup>1</sup> gleich H, Aryl, Aralkyl, Heteroaryl, Cycloalkyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>22</sub>-Alkyl hat,

15

Y, identisch oder verschieden, entspricht -CO<sub>2</sub>, -CONR<sup>2</sup>, -SO<sub>3</sub> oder -SO<sub>2</sub>NR<sup>2</sup>, wobei R<sup>2</sup> H, Aryl, Aralkyl, Heteroaryl, Cycloalkyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>12</sub>-Alkyl, bevorzugt C<sub>1</sub>- bis C<sub>6</sub>-Alkyl, Alkylamin entspricht, wobei die Aminfunktion gegebenenfalls einen oder mehrere weitere(n) Substituenten tragen kann und Bestandteil eines Polyamins sein kann,

20

X, identisch oder verschieden, einem überwiegend sterisch stabilisierend wirkenden und/oder elektrostatisch stabilisierend wirkenden Substituenten entspricht,

25

Z, identisch oder verschieden, gegebenenfalls einen oder mehrere weitere(n) Substituenten darstellt, wobei dieser Substituent/diese Substituenten ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Alkyl-, Alkoxy-, Aryloxygruppen und Halogenen, insbesondere Chlor und Brom,

- 2 -

n eine ganzzahlige Zahl größer gleich 1 ist und

m eine ganzzahlige Zahl größer gleich 0 ist.

- 5 2. Perylenderivate nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die sterisch stabilisierend wirkenden Substituenten ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Polymeren auf Basis von Alkylenoxiden, Polymeren auf Basis von Polyestern, Polymeren auf Basis von Polyacrylaten, Polymeren auf Basis von Alkylsulfiden und Polymeren auf Basis von Alkylverbindungen.

10

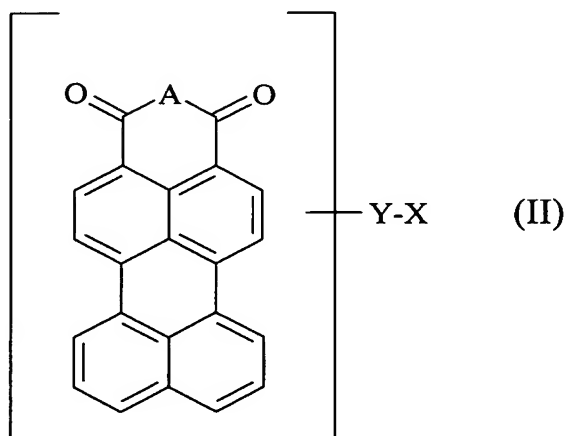
3. Perylenderivate nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Polymere Block(co)polymere sind.

15

4. Perylenderivate nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die elektrostatisch stabilisierend wirkenden Reste Ammoniumgruppen und/oder gegebenenfalls protonierbare Aminogruppen enthalten.

20

5. Perylenderivate nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass in der allgemeinen Formel (I)  $n = 1$  und  $m = 0$  ist und die Perylenderivate der allgemeinen Formel (II) entsprechen



wobei in der Formel (II)

A entspricht NH,

Y entspricht -CONH, -SO<sub>3</sub> oder -SO<sub>2</sub>NH,

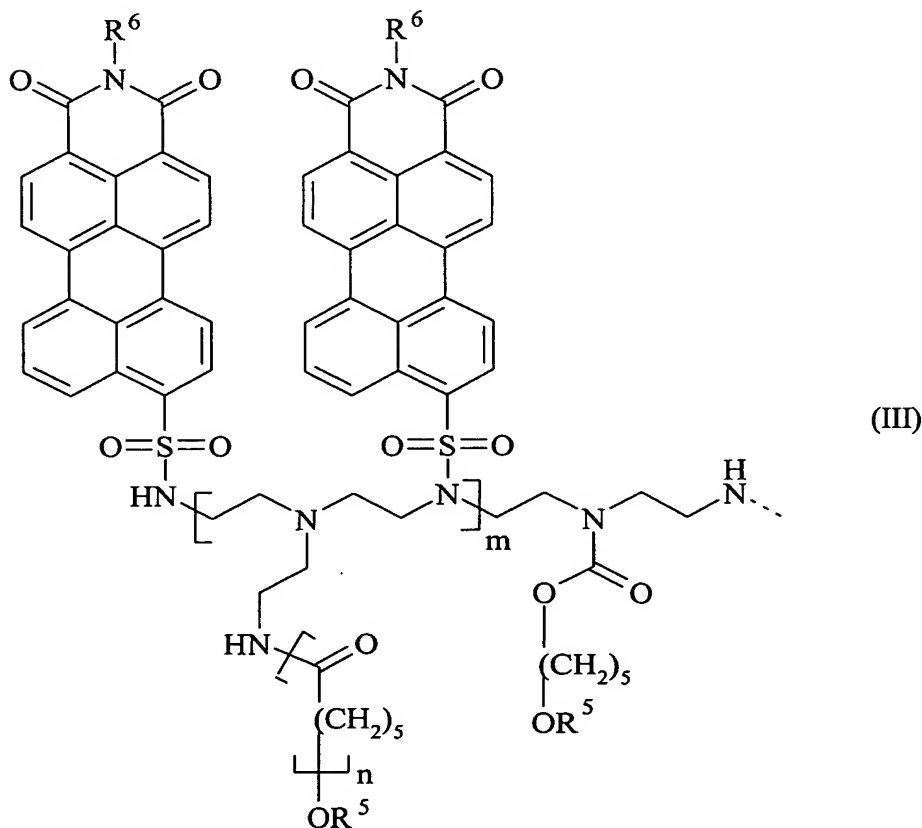
X einen Substituenten darstellt, der eine protonierbare Aminogruppe umfasst, bevorzugt ein C<sub>1</sub>- bis C<sub>22</sub>-Alkylamin, wobei das Stickstoffatom der Aminfunktion durch weitere Alkylgruppen substituiert sein kann und Bestandteil eines Polyamins sein kann oder

Bestandteil eines Cyclus ist,

oder

X C<sub>1</sub>-C<sub>30</sub>-Alkyl oder C<sub>3</sub>-C<sub>30</sub>-Alkenyl darstellt, wobei die Kohlenstoffkette jeweils durch eine oder mehrere Gruppierungen -O-, -CO-O-, -O-CO- oder -S- unterbrochen sein kann und die jeweils durch C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkoxy-, Amino-, Hydroxy-, Carboxygruppen und Halogene substituiert sein können, wobei R<sup>4</sup> H, Alkyl, Cycloalkyl, Aryl, Heteroaryl oder Aralkyl entspricht.

## 6. Perylenderivate der allgemeinen Formel (III)



in der

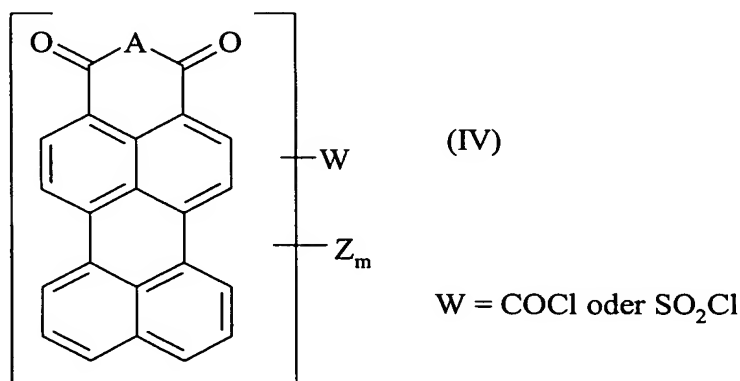
m einer ganzzahligen Zahl von 1 bis 100 entspricht,

n einer ganzzahlige Zahl von 1 bis 20 entspricht,

$R^5$  C<sub>1-64</sub>-Alkyl-SO<sub>2</sub> entspricht, und

$R^6$  H oder C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl, bevorzugt H oder CH<sub>3</sub>, besonders bevorzugt H, entspricht.

7. Verfahren zur Herstellung von Perylenderivaten nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass ein mit COCl- und/oder SO<sub>2</sub>Cl-Gruppen substituiertes Perylenderivat der allgemeinen Formel (IV)



in der A O, CH<sub>2</sub> oder NR<sup>1</sup> entspricht mit R<sup>1</sup> gleich H, Aryl, Aralkyl, Heteroaryl, Cycloalkyl, C<sub>1</sub>- bis C<sub>22</sub>-Alkyl,

Z, identisch oder verschieden, gegebenenfalls einen oder mehrere weitere(n) Substituenten darstellt, wobei dieser Substituent/diese Substituenten ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Alkyl-, Alkoxy-, Aryloxygruppen und Halogenen, insbesondere Chlor oder Brom, und

m eine ganzzahlige Zahl größer gleich 0 ist

mit Alkoholen, Thiolen und/oder Aminen umgesetzt wird.

8. Perylenderivate nach einem der Ansprüche 1 bis 6, erhältlich durch ein Verfahren gemäß Anspruch 7.

9. Verwendung von Verbindungen, die aus einem Grundkörper und mindestens einem mit diesem Grundkörper kovalent verbundenen Substituenten bestehen,

wobei der Grundkörper ein polycyclischer, im Wesentlichen aromatischer Kohlenwasserstoff ist und insbesondere ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Naphthalinderivaten, Phenalenderivate, Perylenderivaten, Pyrenderivaten, Fluoranthenderivaten, Fluorenderivaten, Heptalenderivaten, Indenderivaten, Phenanthrenderivaten, Anthracenylderivaten und Acenaphthenderivaten, und

wobei der oder die Substituent(en) auf ein Pigment sterisch und/oder elektrostatisch stabilisierend wirken kann/können;

als Pigmentdispergatoren.

10. Verwendung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass ein Perylenderivat gemäß den Ansprüchen 1 bis 6 und 8 verwendet wird.

11. Pigmentzubereitungen, enthaltend

(a) mindestens ein organisches Pigment und

(b) mindestens eine Verbindung, die aus einem Grundkörper und mindestens einem mit diesem Grundkörper kovalent verbundenen Substituenten besteht,

wobei der Grundkörper ein polycyclischer, im Wesentlichen aromatischer Kohlenwasserstoff ist und insbesondere ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Naphthalinderivaten, Phenalenderivate, Perylenderivaten, Pyrenderivaten, Fluoranthenderivaten, Fluorenderivaten, Heptalenderivaten, Indenderivaten, Phenanthrenderivaten, Anthracenylderivaten und Acenaphthenderivaten, und

wobei der oder die Substituent(en) auf ein Pigment sterisch und/oder elektrostatisch stabilisierend wirken kann/können;

als Pigmentdispergator.

12. Pigmentzubereitungen nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die Pigmentzubereitung mindestens ein Perylenderivat gemäß den Ansprüchen 1 bis 6 und 8 als Pigmentdispergator enthält.

13. Pigmentzubereitungen nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Pigmentzubereitung 2 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 30 Gew.-%, besonders bevorzugt 2 bis 20 Gew.-%, Pigmentdispergator pro g Pigment im Fall der sterisch stabilisierend wirkenden Reste und 0,5 bis 5 Gew.-%, bevorzugt 0,5 bis 4 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,5 bis 3 Gew.-%, Pigmentdispergator pro g Pigment im Fall der elektrostatisch stabilisierend wirkenden Reste enthält.

14. Pigmentzubereitungen nach einem der Ansprüche 11 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass die Pigmente fein verteilt sind und eine mittlere Primärteilchengröße kleiner 300 nm, bevorzugt kleiner 200 nm, besonders bevorzugt kleiner 100 nm, aufweisen und zur Herstellung transparenter Farben verwendet werden können.

15. Verfahren zur Herstellung einer Pigmentzubereitung nach einem der Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass man mindestens eine Verbindung als Pigmentdispergator,

- die aus einem Grundkörper und mindestens einem mit diesem Grundkörper kovalent verbundenen Substituenten besteht,

- wobei der Grundkörper ein polycyclischer, im Wesentlichen aromatischer Kohlenwasserstoff ist und insbesondere ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Naphthalinderivaten, Phenalenderivate, Perylenderivaten, Pyrenderivaten, Fluoranthenderivaten, Fluorenderivaten, Heptalenderivaten, Indenderivaten, Phenanthrenderivaten, Anthracenylderivaten und Acenaphthenderivaten, und

- wobei der oder die Substituent(en) auf ein Pigment sterisch und/oder elektrostatisch stabilisierend wirken kann/können

sowie das organische Pigment mischt oder an einem beliebigen Zeitpunkt ihres Herstellungsprozesses aufeinander einwirken lässt.



16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass ein Perylenderivat gemäß den Ansprüchen 1 bis 6 und 8 als Pigmentdispergator verwendet wird.
17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, dass der Pigmentdispergator und das organische Pigment als trockene Pulver miteinander vermischt werden.
18. Verwendung der Pigmentzubereitungen nach den Ansprüchen 11 bis 14 als Farbmittel zum Pigmentieren von hochmolekularen organischen Materialien natürlicher oder synthetischer Herkunft in Form plastischer Massen, Schmelzen, Spinnlösungen, Lacken, Anstrichfarben, Tonern oder Druckfarben.
19. Pigmentdispersionen, insbesondere Lacke und Anstrichfarben, enthaltend mindestens ein Perylenderivat nach einem der Ansprüche 1 bis 6 und 8 und/oder mindestens eine Pigmentzubereitung gemäß den Ansprüchen 11 bis 14.

BASF Aktiengesellschaft

31. Januar 2003  
B01/0825 IB/KO/BrD/ewe**Zusammenfassung**

5

Die vorliegende Erfindung betrifft substituierte Perylenderivate, wobei der Substituent sterisch stabilisierend und/oder elektrostatisch stabilisierend wirkt. Die erfindungsgemäßen Perylenderivate eignen sich insbesondere als Pigmentdispergatoren. Die vorliegende Er-  
10 findung betrifft darüber hinaus Pigmentzubereitungen, in denen die erfindungsgemäßen Perylenderivate verwendet werden.